

# 单相ステンレス鋼の再結晶および 高温変形挙動

鳥阪泰憲\*・鈴木俊夫\*<sup>2</sup>・渡辺 寧\*<sup>3</sup>・宮川松男\*<sup>4</sup>

## Recrystallization and Hot Tensile Behaviour of Single Phase Stainless Steels

Yasunori TORISAKA, Toshio SUZUKI, Yasushi WATANABE and Matsuo MIYAGAWA

### Synopsis :

This study is aimed to investigate the recrystallization for grain refinement and the hot tensile behaviour of single phase stainless steels, namely ferritic Fe-17Cr(SUS430), austenitic Fe-18Cr-8Ni(SUS304) and Fe-25Cr-20Ni(SUS310) so as to examine their possibilities of superplasticity.

The influence of reduction in area and annealing conditions on static recrystallization was investigated. Subsequently,  $m$  value and total elongation were measured for evaluation of superplasticity, after hot tension tests were carried out for recrystallized stainless steels sheet at various temperatures below the recrystallization temperature and with various strain rates.

A critical working reduction in area required for recrystallization was about 25% for SUS430, a few % for SUS304 and 20% for SUS310. The fine grain size was obtained under the optimum recrystallization condition for SUS310, though it was not obtained for the other two types of stainless steels.

Among single phase stainless steels, only SUS310 with the recrystallized fine grain size showed superplastic behaviour and its maximum elongation exceeded 200% at 1088 K with the initial strain rate of  $4.2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

Key words : SUS430 ; SUS304 ; SUS310 ; recrystallization ; critical working reduction in area ; strain rate ;  $m$  value ; total elongation.

### 1. 緒 言

結晶粒微細超塑性の発現条件には種々ある<sup>1)</sup>。なかでも、(1)結晶粒径が  $10 \mu\text{m}$  以下であること、および(2)超塑性発現中、結晶粒の成長を抑制するため、数%~50%の第二相の存在を必要とすること、はとりわけ重要である。したがって、単相合金は超塑性を発現しないことになる。これら(1)、(2)を満足する合金は非鉄系に多く、Al, Cu, Zn, Ti系の合金やNi基合金については活発に研究され、一部については塑性加工の分野で実用化が図られている。一方鉄系合金においても、従来の変態超塑性から結晶粒微細超塑性の研究に移行しつつある。超高炭素(UHC)鋼<sup>2)</sup>、軸受け鋼<sup>3)</sup>、高速度工具鋼<sup>4)</sup>などはその代表である。しかし、これらはすべて高炭素鋼あるいは高炭素特殊鋼に関するもので、低炭素鋼あるいは

低炭素特殊鋼に関する超塑性例はほとんどない。唯一、 $\delta/\gamma$ 二相ステンレス鋼<sup>5)-8)</sup>があるにすぎない。これは $\delta/\gamma$ 二相ステンレス鋼を除く低炭素(特殊)鋼が上記(1)、(2)を満足することが非常にむずかしいからである。そのため、オーステナイト系単相およびフェライト系単相ステンレス鋼は超塑性を発現しない<sup>6)</sup>、といわれている。これらの材料では、いくら結晶粒を微細化させても、 $10 \mu\text{m}$ をかなり下回る結晶粒を得ることが非常にむずかしいからである。ところが、オーステナイト系単相ステンレス鋼 SUS310は、873 K付近から1093 K付近の範囲で $\sigma$ 相が析出するため、結晶粒の成長をある程度抑制することが期待できる。

そこで本研究では、まず単相ステンレス鋼の代表として25Cr-20Niオーステナイト系ステンレス鋼(SUS310)を、次に比較のため18Cr-8Niオーステナ

昭和63年7月28日受付 (Received July 28, 1988)

\* 工業技術院機械技術研究所 工博 (Mechanical Engineering Laboratory, Agency of Industrial Science and Technology, 1-2 Namiki Tsukuba 305)

\*<sup>2</sup> 東京大学工学部 工博 (Faculty of Engineering, The University of Tokyo)

\*<sup>3</sup> 長岡技術科学大学 (現:ソニー(株)) (Nagaoka University of Technology, Now Sony Corporation)

\*<sup>4</sup> 元長岡技術科学大学 工博 (Formerly Nagaoka University of Technology)

イト系ステンレス鋼 (SUS304) および 17Cr フェライト系ステンレス鋼 (SUS430) の2種類を選び、これらの再結晶挙動を調べた。その後、再結晶されたこれらのステンレス鋼を、再結晶温度以下の種々の温度およびひずみ速度で引張り、そのときの全伸びおよびひずみ速度感受性指数  $m$  値を求め、超塑性材料としての可否を検討した。

## 2. 試料および実験方法

本実験に供した試料は、5 mm 厚の SUS430, SUS304 および SUS310 市販平板材で、その化学組成を Table 1 に示す。なお、表中  $\delta/\gamma$  については後述する。固溶化処理は SUS304 および SUS310 に対して施され、処理温度はそれぞれ 1373 K および 1323 K であった。これらの試料を、673 K 温間圧延 (パス回数は 6~7 回) し、種々の温度で再結晶のための焼なましを行った。圧下率は 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80 および 86% の 9 種類とし、焼なまし時間はすべて 1 h とした。硬さ測定は、エメリー紙とバフで研磨した後、マイクロピッカース硬さ計 (荷重: 100 gf, 時間: 10 s) を用いて 3 個の測定値の平均をとり、硬さとした。

顕微鏡による組織観察には、SUS430 に対して塩酸を少量加えた、5% ナイタル (HCl: 10 ml, HNO<sub>3</sub>: 5 ml, C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH: 85 ml) を、SUS304 および SUS310 に対してヴィレラ液 (HCl: 30 ml, HNO<sub>3</sub>: 15 ml, グリセリン: 45 ml) を用いた。

高温引張試験は、インストロン型万能試験機 (荷重容量は 5 t) を用いて、 $4.2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ,  $1.7 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ,  $4.2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  および  $8.3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  の一定引張速度で

Table 1. Chemical composition of various stainless steels (mass%).

Material	C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	N
SUS 430	0.07	0.63	0.25	0.10	16.22	—	—
SUS 304	0.022	0.35	1.25	10.39	18.53	—	—
SUS 310	0.04	0.98	1.51	19.42	24.58	—	—
$\delta/\gamma$	0.012	0.74	0.70	6.30	25.00	3.30	0.10

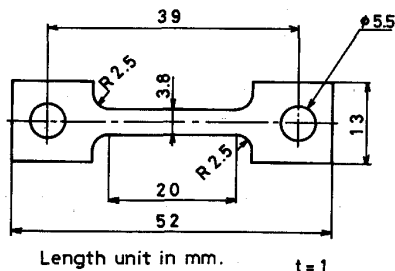


Fig. 1. Size of specimen for tensile test.

行つた。試験温度の設定はすべて再結晶温度以下とした。また、試験片は上記再結晶の結果を用い、結晶粒を最大限微細に調整した材料より作製した。その形状を Fig. 1 (単位は mm) に示す。

## 3. 実験結果

### 3.1 再結晶挙動

各試料の硬さの焼なまし温度に対する変化を、SUS430 について Fig. 2 に、SUS304 について Fig. 3 に SUS310 について Fig. 4 にそれぞれ示す。図中、●印は市販材の硬さである。これらの図および顕微鏡から各試料の再結晶終了温度は加工度に対して、Fig. 5 に示すようになる。Fig. 6 は SUS430, SUS304 の再結晶終了後における結晶粒径を加工度に対して示したものである。SUS310 は高加工度の場合の結晶粒径が定かでないため、Photo. 1 に顕微組織を示すことにした。写真中、白い部分はオーステナイト加工母地、小さな黒い部分は再結晶粒と  $\sigma$  相の混在域である。

### 3.2 高温引張挙動

3.1 で述べた再結晶挙動の結果から、試験片には、673 K で板厚を 1 mm まで圧延 (圧下率 80% に相当) した後、SUS430 に対し 963 K, SUS304 に対し 1063 K, SUS310 に対し 1088 K (4.1 で述べる再結晶の停滞開

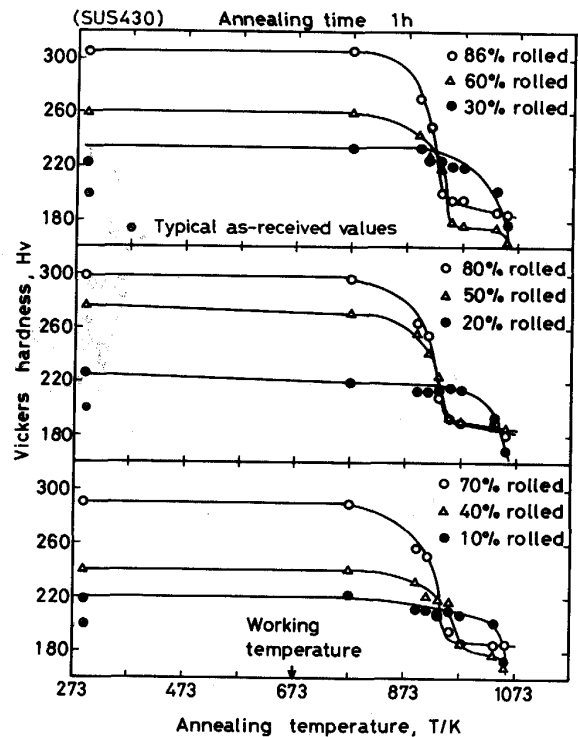


Fig. 2. Effect of annealing temperature on hardness for SUS430 at room temperature.

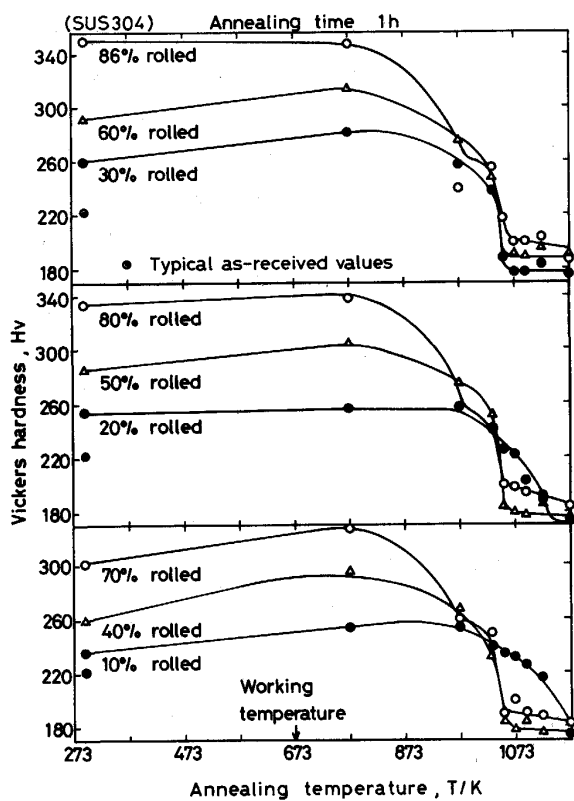


Fig. 3. Effect of annealing temperature on hardness for SUS304 at room temperature.

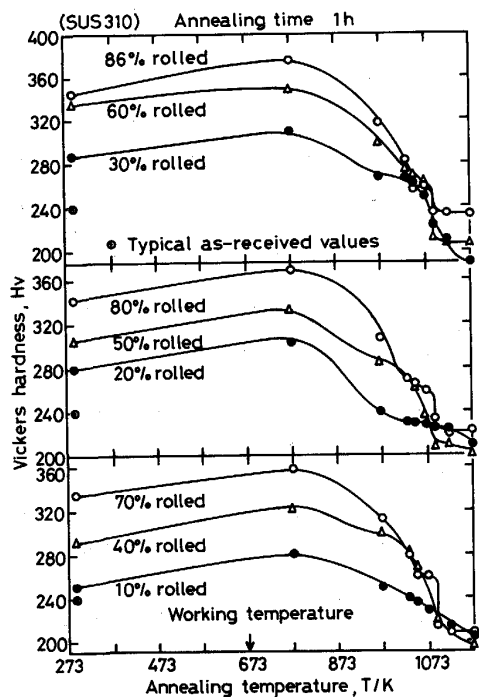


Fig. 4. Effect of annealing temperature on hardness for SUS310 at room temperature.

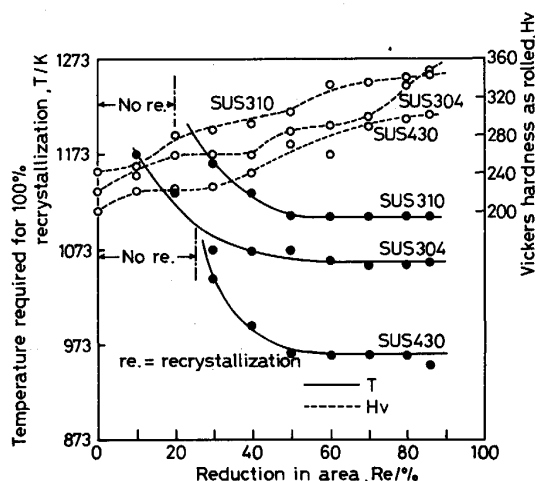


Fig. 5. Relation between rolling reduction and annealing temperature required for 100% recrystallization when annealing time is 1 h.

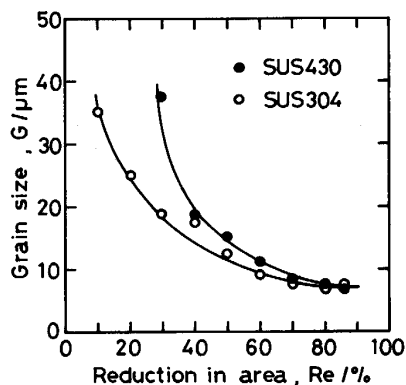


Fig. 6. Effect of reduction in area on grain sizes after recrystallized.

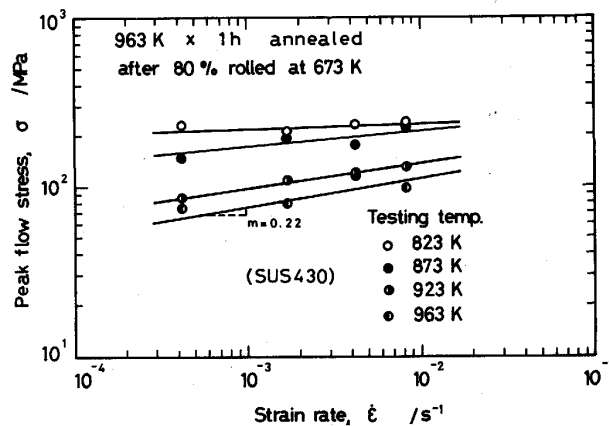


Fig. 7.  $\ln\sigma$  vs.  $\ln\dot{\epsilon}$  curves of SUS430 obtained by tensile tests performed at temperatures indicated.

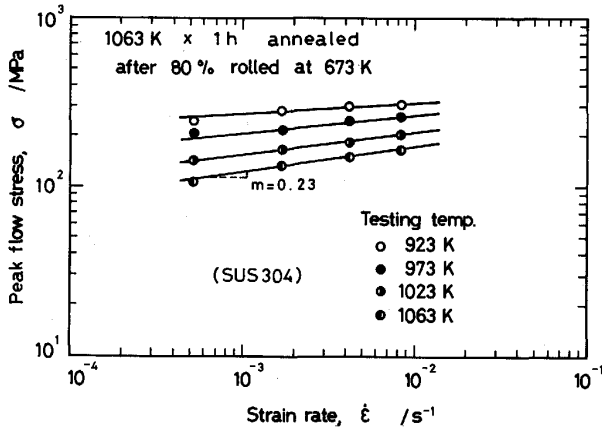


Fig. 8.  $\text{Ln}\sigma$  vs.  $\text{Ln}\dot{\epsilon}$  curves of SUS304 obtained by tensile tests performed at temperatures indicated.

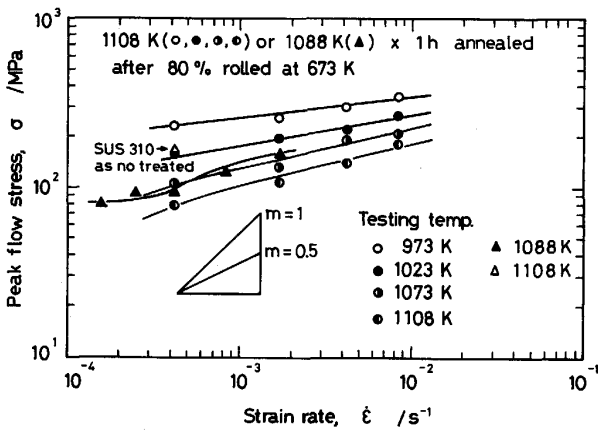


Fig. 9.  $\text{Ln}\sigma$  vs.  $\text{Ln}\dot{\epsilon}$  curves of SUS310 obtained by tensile tests performed at temperatures indicated.

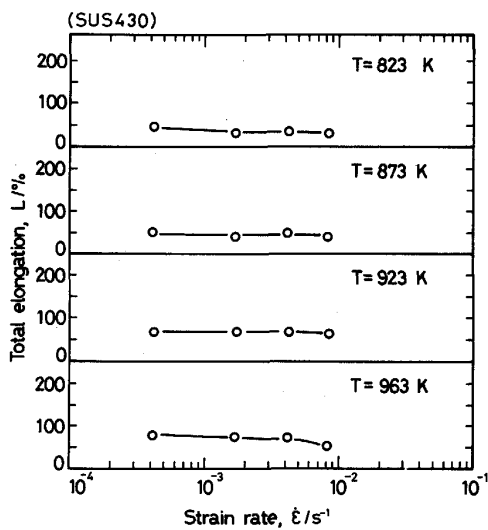


Fig. 10. Effect of testing temperature and strain rate on total elongation for SUS430.

始温度に相当する. 以下, SUS310-A)および 1108 K(4.1で述べる再結晶の停滞終了温度に相当する. 以下, SUS310-B)で, それぞれ 1 h の焼なましを施したものをを用いた. Fig. 7, Fig. 8 および Fig. 9 は破断時の変形応力を荷重-変位曲線のトップピークで求め, ひずみ速度に対してプロットしたものである. また, Fig. 10, Fig. 11 および Fig. 12 は全伸びをひずみ速度に対してプロットしたものである. なお, Fig. 7, Fig. 10 は

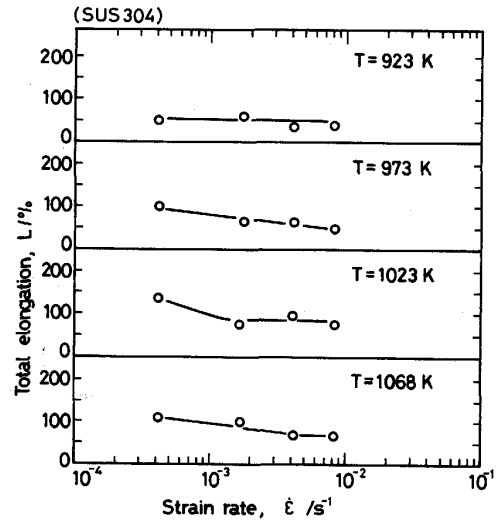


Fig. 11. Effect of testing temperature and strain rate on total elongation for SUS304.

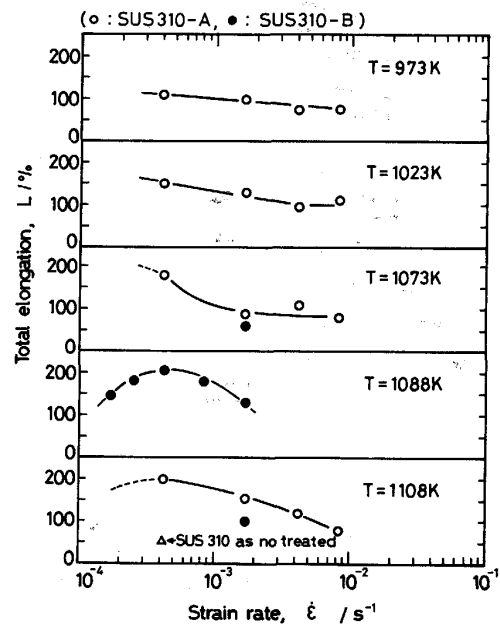


Fig. 12. Effect of testing temperature and strain rate on total elongation for SUS310.

SUS430, Fig. 8, Fig. 11 は SUS304, Fig. 9, Fig. 12 は SUS310 の結果である。ここで, Fig. 9, Fig. 12 中,  $\Delta$ 印は市販材そのままを引張った値を示す。

### 1. 考 察

#### 1.1 再結晶挙動

SUS430, SUS304 および SUS310 いずれも再結晶終了温度は加工度の影響を強く受けている。その度合いは Fig. 5 で示したとおりである。図から, 再結晶するのに最低の加工度, すなわち臨界加工度はおよそ SUS430 で 25%, SUS304 で数%, SUS310 で 20% の値になることがわかる。しかしながら, 各試料とも Fig. 6 および Photo. 1 で示したように, たとえ臨界加工度を満足しても, その加工度が低ければ得られる再結晶組織は粗である。したがって, 再結晶により結晶粒の微細化を図るには, SUS430, SUS304 ではおよそ 50% 以上, SUS310 では 60% 以上の加工度が必要である。しかし, 80% 以上の加工度では得られる結晶粒径に限界がある

(SUS310)

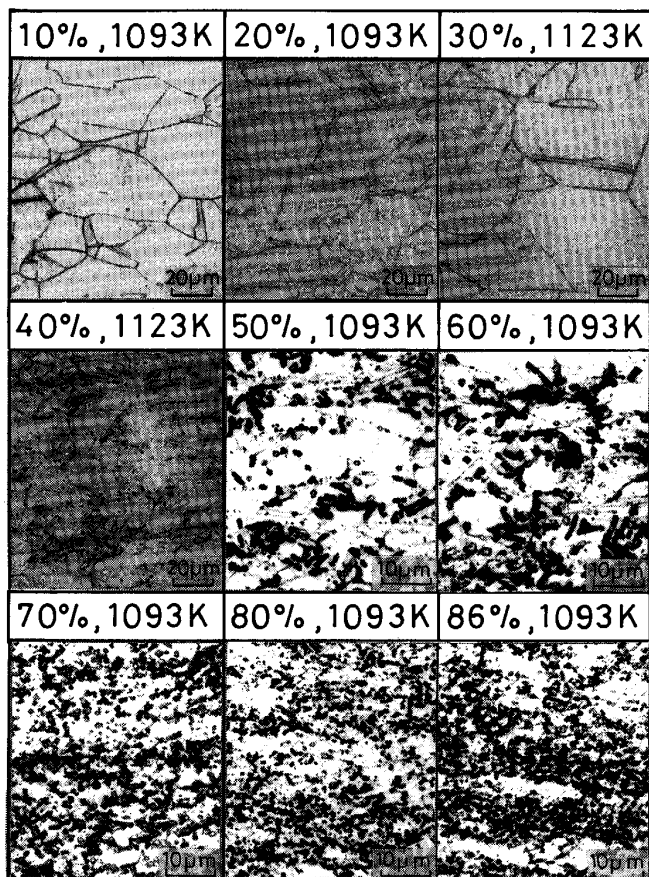


Photo. 1. Optical microstructures of SUS310 rolled and subsequently recrystallized.

ことから, 微細再結晶粒を得るための現実的な加工度はせいぜい 80% 程度までになるものと思われる。

SUS310 の再結晶温度は SUS430, SUS304 に比べ, 広範囲にまたがっている。これは分散強化型合金によく見られるもので, 母地の回復が析出した非常に硬くて脆い  $\sigma$  相に妨げられたためであろう。

一般の材料では, 試料全体が再結晶を終了した後, 組織の粗大化が始まる。しかし, SUS310 の 70% 以上の加工ではこれとは様相を異にする。すなわち, 再結晶途中の 1093 K 付近で停滞域を生じる<sup>9)10)</sup>。したがって, 停滞域での組織は未再結晶粒, 再結晶微粒子および  $\sigma$  相の混在相となる。温度が上がり, 再び再結晶が進行すると, 未再結晶粒の再結晶化が始まると同時に, 停滞域で生じた再結晶微粒子は未再結晶粒の完全な再結晶終了を待つことなく, 粗大化を始める。このため, 本実験では SUS310 の再結晶終了温度を明確にすることはできなかった。したがって, Fig. 5 では, 加工度 70% 以上での再結晶終了温度を停滞域の再結晶開始温度とした。なお, Photo. 1 で示した加工度 70% 以上での組織は停滞域開始温度直上のものである。

SUS430 の硬さは, 焼なまし温度が高まるにつれ漸次軟化の傾向を示し, 再結晶開始点を超えると, 著しく軟化している。しかし, SUS304, SUS310 では, Fig. 3 および Fig. 4 で示したように, 焼なまし温度の上昇とともに, わずかながら硬化の傾向を示し, 773 K 付近で最大値を有する。この硬化現象を更に明確にするため, 上記ピーク位置が焼なまし時間に対してどのように変化するかを調べた。Fig. 13 および Fig. 14 にその結果を

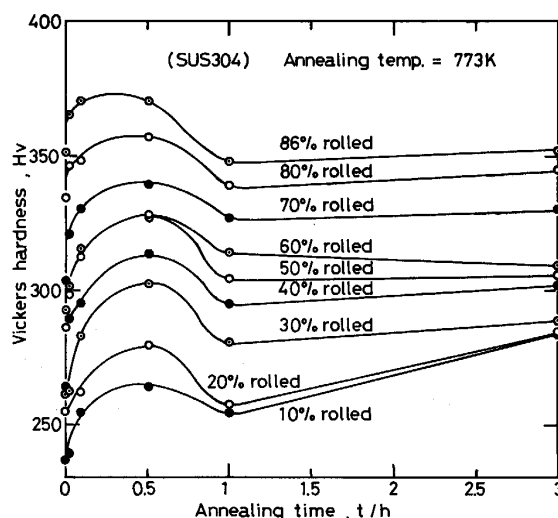


Fig. 13. Effect of annealing time on hardness at room temperature after rolled with various reductions in area and subsequently annealed at 773 K for SUS304.

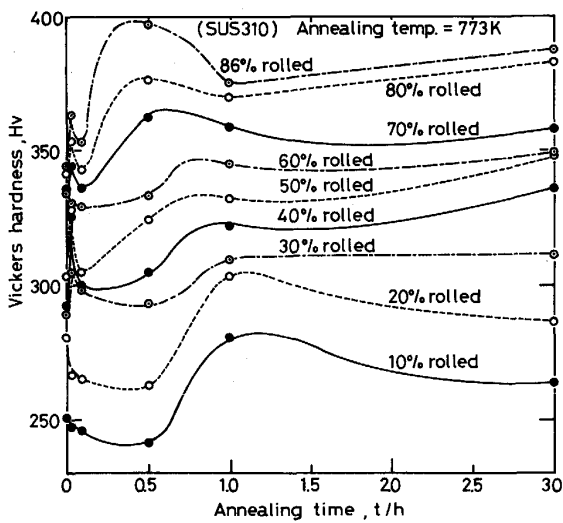


Fig. 14. Effect of annealing time on hardness at room temperature after rolled with various reductions in area and subsequently annealed at 773 K for SUS310.

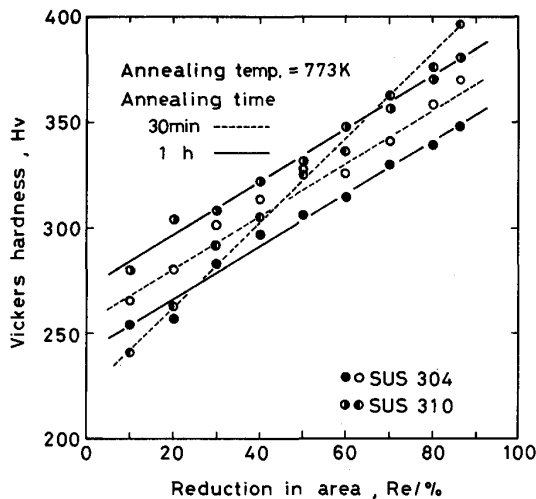


Fig. 15. Relation between reduction in area and hardness when annealing time is 30 min and 1 h at 773 K for SUS304 and SUS310.

示す。SUS304 の場合は加工度に関係なく、焼なまし時間 30 min でピークを有するが、SUS310 では焼なまし時間に対するピーク位置は加工度の影響を強く受け、加工度の低下とともに、ピーク位置は長時間側に移行する傾向を有する。おそらくこの相違は、SUS304 と SUS310 の硬化現象に対する機構が本質的に異なるためであろう。すなわち、SUS304 では Cr 炭化物の粒内および粒界への析出<sup>11)</sup> が硬化を引き起こす主要原因になるのに対し、SUS310 では強加工によって導入された転位が、加熱による侵入型または置換型不純物原子の拡散の

ため、強く固着されることに起因するひずみ時効<sup>12)</sup> が主要原因になるためであろう。

Fig. 13 および Fig. 14 からわかるように、焼なまし時間が 30 min~1 h の範囲では、加工度に対する硬さの変化はおおよそ等間隔である。そこで、これらの図から、焼なまし時間が 30 min および 1 h について横軸を加工度、縦軸を硬さとし、プロットした。その結果を Fig. 15 に示す。名試料とも 773 K × 30 min, 1 h の焼なましを受けると、加工度と硬さの間に直線関係がみられるようになる。本実験の範囲内ではこの原因を明らかにすることはできないが、おそらく 773 K の熱処理により、SUS 304 では Cr 炭化物の析出が、SUS 310 ではひずみ時効が直前に与えられた加工度に助長され、硬さが SUS 304 では Cr 炭化物 + 転位密度、SUS 310 ではひずみ時効 + 転位密度となつて、偶然たまたま直線関係になつたのであろう。

ところで、一般に計算に頼らず、かつ材料の表面も含め、内部までの加工履歴を推定する方法には、現在腐食法<sup>13)</sup>、再結晶法<sup>14)</sup> および硬度法<sup>15)</sup> などが知られている。腐食法、再結晶法は材料の組織観察が中心になるため、かなり測定者の主観が入ることになり、個人差によるデータのばらつきが大きくなる。そして、硬度法は硬さと加工度が 1 対 1 に対応しないため、これは実用的には利用されていない。そこで、先に述べた直線関係が重要となる。すなわち、①加工度のわからない材料(ただし、加工は Md 点以上 673 K 以下で与えられたことを前提とする。)に、773 K × 30 min あるいは 1 h の焼なましを施す、②硬さを求める、③硬さと加工度の間に成立する比例関係から加工度がわかる、の手順により材料の加工度を予想することができるからである。ここでの加工度、すなわち塑性ひずみ量はスカラーである相当塑性ひずみ量のことをいう。

しかしながら、より正確を期するには、圧延ではなく、例えば抵抗線ひずみゲージ法などで塑性ひずみ量を求めておいて、このひずみ量と本実験による硬度法から求まる塑性ひずみ量の対比を行わなくてはならないのであるが、これは今後の課題としたい。

#### 4.2 高温引張挙動

各試料とも SUS310 を除いては、ひずみ速度に対し、 $m$  値<sup>†</sup> は一定で、試験温度が上昇するにつれ、若干増加

† 一般には、 $m$  値は Bachofen のひずみ速度急変法で求められる。しかし、この方法ではひずみ速度を急変させた場合、①その前後における組織変化、②ひずみ速度を上げるのか、下げるのか、③何倍に急変させるのか、④どのひずみ量で急変させるのか、など問題が多い。したがって本論文では、 $m$  値を求める場合、種々のひずみ速度で同じ組織を有する種々の材料を引張つて、得られた peak flow stress の勾配を  $m$  値とした。

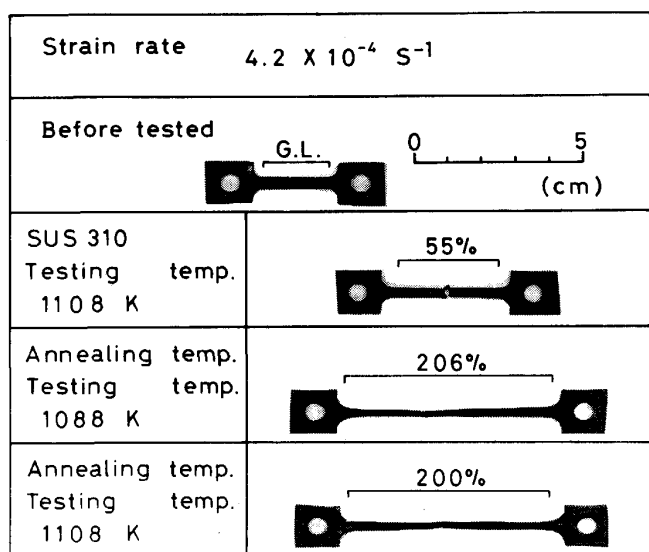


Photo. 2. Specimens of SUS310 after tensile test.

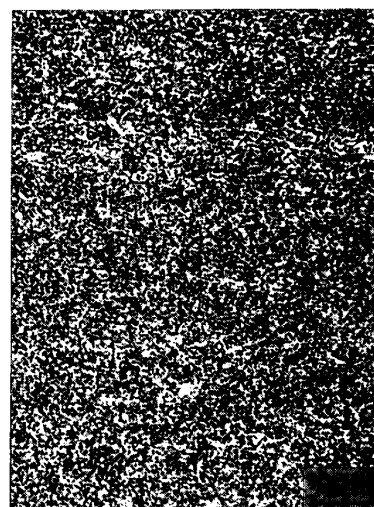


Photo. 3. Optical microstructure of duplex stainless steel with  $(\gamma + \sigma)$  phase.

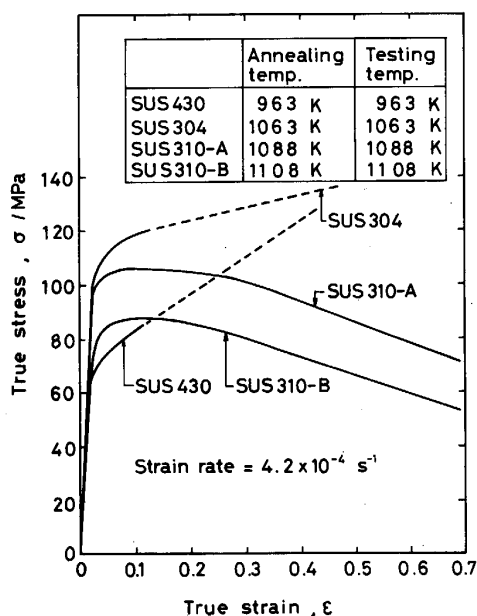


Fig. 16. True stress-true strain curves during tensile tests for SUS430, SUS304 and SUS310.

の傾向を示すが、0.3を超えることはない。しかし、SUS310では、 $4.2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ のひずみ速度付近に0.3を超える  $m$  値の最大点が存在する。

次に、各試料の全伸びについては、SUS310を除いて、ひずみ速度が小さくなるにつれて増加の傾向を示す。しかし、全般的にその値は小さい。ところが、SUS310では、 $4.2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ のひずみ速度で200%以上の最大伸びを示すようになり、このひずみ速度を上回っても、下回っても全伸びは小さくなる。なお、SUS310-Aと

SUS310-Bには、 $m$  値、全伸びともにそんなに大差は見られない。

Photo. 2は、SUS310市販材そのまま、SUS310-AおよびSUS310-Bの破断試験後の最大伸びをそれぞれ上段、中段および下段に示したものである。この写真およびFig. 9から、再結晶させたものは、させない市販材に比し、全伸びで約4倍の200%にも達し、ピーク流動応力で約半分であることがわかる。

Fig. 16は、SUS430、SUS304およびSUS310が最大伸びを示したときの真応力-真ひずみ曲線である。なお、図中破線は、変形中くびれが生じなかつたと仮定した時の推定を示している。SUS430およびSUS304は加工硬化することが予想されるのに対し、SUS310は加工軟化しているのがわかる。これは、SUS430およびSUS304の変形が転位クリープの結果生じたことによるもので、もし、SUS310の変形もこのような転位運動に起因するならば、当然セルやタンゲルなどを形成し、外部から加えた変形エネルギーを蓄積することによって、SUS430、SUS304同様加工硬化をとまなうはずである。したがって、SUS310の変形はSUS430、SUS304とは異なり、転位クリープ以外の何らかの機構、すなわち拡散によつて生じたものと思われる。

しかし、本実験の範囲内では、この拡散が粒内あるいは粒界のどちらに起因するのかは、あまりにも結晶粒が小さいため、明らかにすることができなかつた。ただ、母相中に $\sigma$ 相の析出することが単相ステンレス鋼の高延性化に大きく寄与していることは断定できるものと思われる。このことを確認するため、ステンレス鋼の中で

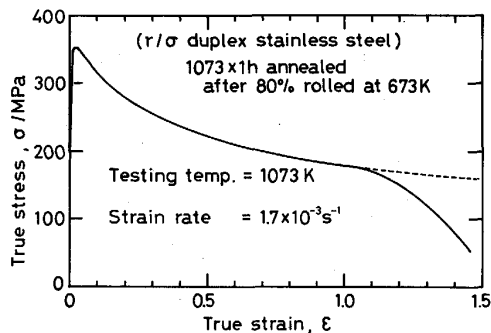


Fig. 17. True stress-true strain curves during tensile test for duplex stainless steel with  $(\gamma + \sigma)$  phase under the condition of testing temperature of 1073 K and strain rate of  $1.7 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

も最も  $\sigma$  相の析出が激しい二相ステンレス鋼（成分は Table 1 に示したとおりで、以下二相鋼とする）を高温で引張ることにした。すなわち、二相鋼の組織は、従来研究されている  $\delta + \gamma$  相ではなく、Photo. 3 に示すように、1573 K  $\times$  30 min 溶体化処理後、673 K で 80% の圧延を施し、1073 K  $\times$  1 h の条件で焼なましを行い、 $\gamma + \sigma$  相に調質したものである。そして、これを Fig. 1 に示した形状に切り出し、二相鋼で大きな  $m$  値あるいは全伸びが得られる  $1.7 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  のひずみ速度<sup>8)</sup>で、常温および 1073 K で引張った。

結果は、常温で、引張強さが 1061 MPa、全伸びが 0% であつたのに対し、1073 K では、引張強さが 346 MPa、全伸びが 305% にも達した。この時の真応力-真ひずみ曲線を Fig. 17 に示す。図中、破線は Fig. 16 と同様である。また、破線に相当する実線はくびれが生じたにもかかわらず、これを真応力-真ひずみ曲線に変換したものである。これより、 $\gamma/\sigma$  二相鋼も SUS310 同様、加工軟化していることがわかる。すなわち、单相ステンレス鋼の高延性化には  $\sigma$  相が重要な役割を演じているのである。したがって、ステンレス鋼の超塑性化を進めていくためには、結晶粒微細化もさることながら、やはり  $\sigma$  相の挙動に注目し、従来は使用面でのもろさが強調され、このため  $\sigma$  相析出は徹底的に敬遠されてきたが、今後は加工面を重視し、逆にこの  $\sigma$  相析出を利用していく方向に発想を転換していく必要があるのではないだろうか。

## 5. 結 言

オーステナイトおよびフェライト系单相ステンレス鋼に種々の加工度および焼なまし温度で再結晶を施し、再

結晶後の素材を種々の温度およびひずみ速度で引張った結果、以下の諸点を明らかにした。

(1) 臨界加工度は、SUS430 で約 25%、SUS304 で数%、SUS310 で約 20% の値になる。

(2) 再結晶により微細組織を得るには、SUS430、SUS304 では 50~80%、SUS310 では 70~80% の加工度を与えなければならない。

(3) 773 K  $\times$  30 min~1 h の焼なましを受けた SUS304 および SUS310 の硬さと加工度との間には比例関係が見られる。この比例関係は硬度法を適用する上で重要な役割を果たす。

(4) 70% 以上の加工を受けた SUS310 では再結晶途中、停滞域が見られる。

(5) 再結晶された SUS310 は、されない場合に比し、最大伸びが 4 倍、ピーク流動応力が約半分となる。

(6) 更に、 $\gamma + \sigma$  相に調質した二相鋼を  $1.7 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  のひずみ速度で、常温および 1073 K で引張った結果、常温で、引張強さが 1061 MPa、全伸びが 0% であつたのに対し、1073 K では、引張強さが 346 MPa、全伸びが 305% にも達した。

## 文 献

- 1) N. E. PATON and C. H. HAMILTON: Superplastic Forming of Structural Alloys (1982), p. 241 [The Metallurgical Society of AIME]
- 2) J. WADSWORTH and O. D. SHERBY: Journal of Materials Science, 13 (1978), p. 2645
- 3) 岡出元宏, 時実正治, O. D. SHERBY: 鉄と鋼, 67 (1981), p. 2710
- 4) 鳥阪泰憲, 白井一郎, 中沢克紀, 宮川松男: 鉄と鋼, 71 (1985), p. 735
- 5) H. W. HAYDEN, R. C. GIBSON, H. F. MERRICK and J. H. BROPHY: Trans. Am. Soc. Met., 60 (1967), p. 3
- 6) D. M. WARD: Sheet Metal Industries (1982), p. 28
- 7) 前原泰裕: 鉄と鋼, 70 (1984), p. 2168
- 8) 鳥阪泰憲, 鈴木俊夫, 渡辺 寧, 宮川松男: 鉄と鋼, 73 (1987), p. 333
- 9) 熊田健三郎, 辰本宏昭: 日本金属学会誌, 34 (1970), p. 706
- 10) 鳥阪泰憲, 土取 功, 宮川松男: 鉄と鋼, 69 (1983), p. 845
- 11) 篠田軍治, 佐野忠雄, 桜井忠一, 川崎 正, 泉 久司: 日本金属学会誌, 24 (1961), p. 650
- 12) K. NISHINO: Sci. Rep. Tohoku Univ., Series A, 15 (1963), p. 235
- 13) T. R. WILSHAW and P. L. PRATT: J. Mech. Phys. Solids, 14 (1966), 7
- 14) 飯野 豊: 日本金属学会会報, 18 (1979), p. 645
- 15) 平 修二, 松本健次, 三木武司: 材料, 16 (1967), p. 1027